

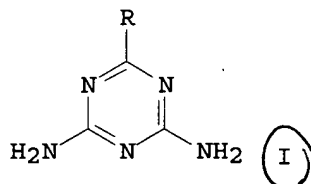
AN 1983:73346 CAPLUS
 DN 98:73346
 ED Entered STN: 12 May 1984
 TI One-liquid **epoxy resin** compositions
 PA Ajinomoto Co., Inc., Japan
 SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 7 pp.
 CODEN: JKXXAF
 DT Patent
 LA Japanese
 IC C08G059-56
 CC 37-6 (Plastics Manufacture and Processing)
 FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP 57137318	A2	19820824	JP 1981-23946	19810220
PRAI	JP 1981-23946		19810220		

CLASS

PATENT NO.	CLASS	PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES
JP 57137318	IC	C08G059-56

GI



- AB One-liquid **epoxy compns.** with excellent storability contain **hardener(s)** chosen from dibasic acid dihydrazides, dicyandiamide [461-58-5], and **I** **R** = NH2, alkyl, phenyl) and **curing accelerator(s)** chosen from reaction products of 2-phenyl-4-methyl-5-(hydroxymethyl)imidazole **(II)** and/or 2-phenyl-4,5-bis(hydroxymethyl)imidazole with a tetra- to hexavalent metal alkoxide, a tri- or tetravalent metal acetylacetonate, and/or R2SnR12 (R = alkyl; R1 = carboxylic acid residue). **For example** 10 parts II and 16 parts Ti isopropoxide tris(dodecylbenzenesulfonate) were stirred at 140-145° to give a highly viscous **liquid accelerator (III)**. DMP 30 was treated with p-toluenesulfonic acid in 1:3 molar ratio to give an exothermic reaction product (A). A composition from **Epikote 815** [25068-38-6] **95**, SB 20G. [84503-70-8] **epoxy resin** **5** azelaic acid dihydrazide [1071-93-8] **15**, III 4.0, and A 0.5 part had pot life (20°) 3.5 mo, cure time (150°) 60 min, heat distortion temperature 87°, and adhesive strength (on steel) 195 kg/cm2.
- ST hydrazide crosslinker epoxy adhesive; crosslinking catalyst **epoxy resin**; imidazole deriv crosslinking catalyst; titanium deriv crosslinking catalyst
- IT **Epoxy resins**, uses and miscellaneous
 RL: USES (Uses)
 (crosslinking agents and catalysts for)
- IT Hydrazides
 RL: MOA (Modifier or additive use); USES (Uses)
 (crosslinking agents, for **epoxy resins**, with improved pot life)
- IT Crosslinking agents
 (for **epoxy resins**, with improved pot life)
- IT Crosslinking catalysts
 (imidazole complexes, for **epoxy resins**, with improved pot life)
- IT 77-58-7D, reaction products with imidazole derivs. 90-72-2D, reaction products with toluenesulfonic acid 104-15-4D, reaction products with

95
 5
 15
 4
 0.5

tris(dimethylaminomethyl)phenol 1071-76-7D, reaction products with
imidazole derivs. 13682-32-1D, reaction products with organometallic
complexes 13963-57-0D, reaction products with imidazole derivs.
61417-49-0D, reaction products with imidazole derivs. 61417-55-8
61698-32-6D, reaction products with organometallic complexes
64157-14-8D, reaction products with imidazole derivs.

RL: CAT (Catalyst use); USES (Uses)

(catalysts, for crosslinking of epoxy resins)

IT 25068-38-6 30999-33-8 37348-52-0 84503-70-8

RL: USES (Uses)

(crosslinking agents and catalysts for)

IT 91-76-9 108-78-1, uses and miscellaneous 461-58-5 542-02-9

925-83-7 1071-93-8 2760-98-7

RL: MOA (Modifier or additive use); USES (Uses)

(crosslinking agents, for epoxy resins, with
improved pot life)

RN 542-02-9 REGISTRY

ED Entered STN: 16 Nov 1984

CN 1,3,5-Triazine-2,4-diamine, 6-methyl- (9CI) (CA INDEX NAME)

OTHER CA INDEX NAMES:

CN s-Triazine, 2,4-diamino-6-methyl- (6CI, 8CI)

OTHER NAMES:

CN 2,4-Diamino-6-methyl-1,3,5-triazine

CN 2,4-Diamino-6-methyl-s-triazine

CN 2,6-Diamino-4-methyl-s-triazine

CN 2-Methyl-4,6-diamino-s-triazine

CN 6-Methyl-1,3,5-triazine-2,4-diamine

CN Acetoguanamine

CN ENT 50715

CN NSC 257

FS 3D CONCORD

MF C4 H7 N5

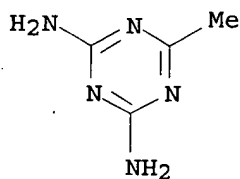
CI COM

LC STN Files: BEILSTEIN*, CA, CAOLD, CAPLUS, CASREACT, CHEMCATS,
CHEMINFORMRX, CHEMLIST, CSCHEM, IFICDB, IFIPAT, IFIUDB, PROMT, SPECINFO,
TOXCENTER, USPAT2, USPATFULL

(*File contains numerically searchable property data)

Other Sources: DSL**, EINECS**, TSCA**

(**Enter CHEMLIST File for up-to-date regulatory information)



PROPERTY DATA AVAILABLE IN THE 'PROP' FORMAT

310 REFERENCES IN FILE CA (1907 TO DATE)

51 REFERENCES TO NON-SPECIFIC DERIVATIVES IN FILE CA

311 REFERENCES IN FILE CAPLUS (1907 TO DATE)

22 REFERENCES IN FILE CAOLD (PRIOR TO 1967)

DERWENT-ACC-NO: 1982-82862E

DERWENT-WEEK: 198239

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: One-part epoxy! resin compsn. - contg. epoxy! resin
which is liq. at room temp., imidazole addn. prod.,
hardener and hardening accelerator

PATENT-ASSIGNEE: AJINOMOTO KK[AJIN]

PRIORITY-DATA: 1981JP-0023946 (February 20, 1981)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAINIPC
<u>JP 57137318 A</u>	August 24, 1982	N/A	007	<u>NY</u>

INT-CL (IPC): C08G059/56

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 57137318A

BASIC-ABSTRACT:

Compsn. comprises (A) epoxy resin which is liq. at room temp.; (B) at least 1 hardener selected from dibasic dihydrazide, dicyandiamide and melamine cpd. fo formula (I) (where (R) is amino, alkyl, or phenyl); (C) addn. prod. of imipazole selected from 2-phenol-4-methyl -5-hydroxymethyl- imidazole and organometallic cpds.; and (D) at least 1 hardening accelerator selected from metal alkoxy derivs. of the above organo-metallic cpds. with 4 or 6 valent atoms, acetylacetone metal salt whose metal component is 3 or 4 valent atom, and an organic tin cpd. of the formula R'₂SnX₂ (II) (where R' is alkyl and X is organic acid residue).

Specifically, to 100 wt.% (A), the content of (B) is 0.5-30 wt.%, and that of (D) is 0.2-7.0 wt.%.

TITLE-TERMS: ONE PART POLYEPOXIDE RESIN COMPOSITION CONTAIN POLYEPOXIDE RESIN
LIQUID ROOM TEMPERATURE IMIDAZOLE ADD PRODUCT HARDEN HARDEN
ACCELERATE

DERWENT-CLASS: A21 E19

CPI-CODES: A05-A01B; A08-D01; E07-D13B; E10-A15F; E10-A19;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

K0 L1 L110 L2 L250 M280 M320 M416 M620 M781
M903 M910 Q132 R038

Chemical Indexing M3 *02*

Fragmentation Code

F012 F014 F016 F580 G010 G100 H1 H101 H122 H123
M113 M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221
M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M240 M280
M281 M320 M413 M510 M521 M530 M531 M540 M781 M903
Q132 R038

Chemical Indexing M3 *03*

Fragmentation Code

J0 J012 J3 J372 K0 K6 K620 K699 M280 M311
M312 M313 M314 M315 M316 M321 M331 M332 M333 M342
M382 M391 M416 M620 M781 M903 Q132 R038

PAT-NO: JP357137318A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 57137318 A

TITLE: ONE-CAN TYPE EPOXY RESIN COMPOSITION

PUBN-DATE: August 24, 1982

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

KIYONO, SHIGEO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

AJINOMOTO CO INC

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP56023946

APPL-DATE: February 20, 1981

INT-CL (IPC): C08G059/56

US-CL-CURRENT: 528/407

ABSTRACT:

PURPOSE: The titled composition that is made by adding a specific curing accelerator to an epoxy resin of liquid at room temperature and a latent curing agent, thus showing rapid curing property and being usable in liuid without precipitation of the powdery curing agent even during its longterm storage.

CONSTITUTION: The objective composition comprises (A) an epoxy resin of liquid at room temperature, (B) a hydrazide of dibasic acid, dicyandiamide and/or a melamine of the formula (R is amino or alkyl) as a main curing agent and (C) an adduct from (i) 2-phenyl-4-methyl-5-hydroxymethylimidazole or 2-phenyl-4,5-dihydroxymethylimidazole and (ii) an alkoxy derivative of tetra or hexavalent metal, tri- or tetravalent metal salt of acetylacetone and/or an organotin compound of $R'<SB>2</SB>SnX<SB>2</SB>$ (R' is alkyl; X is residue of organic acid) preferably dibutyltin dilaurate as a curing accelerator.

COPYRIGHT: (C)1982,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-137318

⑬ Int. Cl.³
C 08 G 59/56

識別記号

庁内整理番号
7342-4 J

⑭ 公開 昭和57年(1982) 8月24日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 7 頁)

⑮ 一液性エポキシ樹脂組成物

⑯ 特 願 昭56-23946
⑰ 出 願 昭56(1981) 2月20日
⑱ 発 明 者 清野繁夫

⑲ 出 願 人

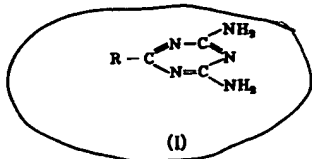
東京都新宿区大久保 2-33-36
味の素株式会社
東京都中央区京橋 1丁目 5番 8
号

明 細 書

1 発明の名称 一液性エポキシ樹脂組成物

2 特許請求の範囲

(i) (A) 常温で液状を呈するエポキシ樹脂、(B) 硬化主剤として二塩基酸ジヒドラジド、ジシアンジアミドおよび一般式 (I)



(但し、式中 R はアミノ基、アルキル基又はフェニル基を示す) にて表示されるメラミン系化合物のうちの少なくとも 1 種および (c) 2-フェニル-4-メチル-5-ヒドロキシメチルイミダゾールおよび 2-フェニル-4,5-ジヒドロキシメチルイミダゾールのうちから選ばれたイミダゾール化合物と有機金属化合物との付加反応生成物で、該有機金属化

合物が 4 価又は 6 価の原子価を有する金属のアルコキシ誘導体、金属成分が 3 価又は 4 価の原子価であるアセチルアセトン金属塩および一般式 (II)



(但し、式中 R' はアルキル基および X は有機酸残基を示す) にて表示される有機錫系化合物のうちの少なくとも 1 種であるところの硬化促進剤を必須成分として配合してなる一液性エポキシ樹脂組成物。

(ii) (A) エポキシ樹脂 100 重量部に対して (B) 硬化主剤 0.5 ~ 30 重量部および (C) 硬化促進剤 0.2 ~ 7.0 重量部を配合してなる特許請求の範囲 (i) 項記載の一液性エポキシ樹脂組成物。
(iii) 更に三級アミンと有機酸、又は有機酸無水物との付加生成物を配合してなる特許請求の範囲 (i) 項記載の一液性エポキシ樹脂組成物。

3 発明の詳細な説明

本発明は二塩基酸ジヒドラジド、ジシアンジ

アミド又はメラミン、アセトグアナミン、ベンゾグアナミン等のメラミン系化合物、いわゆる潜在性硬化剤を硬化主剤とする一液性エポキシ樹脂組成物に関する。

アジピン酸ジヒドราジド、セバシン酸ジヒドラジド、イソフタル酸ジヒドラジド等の二塩酸ジヒドラジドやジシアンジアミド等の潜在性硬化剤はいずれも高融点粉末で、硬化温度が高く、加熱によるゲル化は短時間で進行するが、硬化が完了するまでにかなりの長時間を必要とする。又、硬化主剤として二塩基酸ジヒドラジドを使用した場合は硬化物に多量の泡が発生しやすい欠点が挙げられる。

本発明の目的は二塩基酸ジヒドラジド、ジシアンジアミド、又はメラミン、アセトグアナミン、ベンゾグアナミン等の高融点粉末状の潜在性硬化剤を常温で液状を呈するエポキシ樹脂に均一に分散させ、容器内の底部に沈降することなく、液状のまま使用可能な状態とし、加熱硬化に際しては

- 3 -

ルイミダゾールのうちから選ばれたイミダゾール化合物と有機金属化合物との付加反応生成物で、該有機金属化合物が4価又は6価の原子価を有する金属のアルコキシ誘導体、金属成分が3価又は4価の原子価であるアセチルアセトン金属塩および一般式(II)



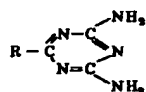
(但し、式中 R^1 はアルキル基およびXは有機酸残基を示す)にて表示される有機錫系化合物のうちの少なくとも1種であるところの硬化促進剤を必須成分として配合してなる一液性エポキシ樹脂組成物である。

本発明者の研究結果によれば、本発明の硬化促進剤の構成成分の一つである有機金属化合物を単独で使用しても促進効果が不十分であつたり、硬化物の物性に悪影響を及ぼしたり、又、二塩基酸ジヒドラジドを硬化主剤として使用した場合には硬化物中に多量の泡が発生する傾向は避けられない。これを防止する意味で有機アミンを添加する

- 5 -

短時間で硬化反応が完了し透明な硬化物を与えると同時に可使時間は室温で1ヶ月以上の長期間を有する一液性エポキシ樹脂組成物を提供することにより、本発明によれば、或る特定のイミダゾール化合物と有機金属化合物との付加反応生成物を硬化促進剤として使用することによつて上記の目的が達成される。

即ち、本発明は(A)常温で液状を呈するエポキシ樹脂、(B)硬化主剤として二塩基酸ジヒドラジド、ジシアンジアミドおよび一般式(I)



(I)

(但し、式中Rはアミノ基、アルキル基又はフェニル基を示す)にて表示されるメラミン系化合物のうちの少なくとも1種および(C)2-フェニル-4-メチル-5-ヒドロキシメチルイミダゾールおよび2-フェニル-4,5-ジヒドロキシメチ

- 4 -

方法が考えられるが、有機アミンの添加は可使時間を極端に短縮させるので好ましくない。

然るに、有機金属化合物を2-フェニル-4-メチル-5-ヒドロキシメチルイミダゾール又は2-フェニル-4,5-ジヒドロキシメチルイミダゾールと付加反応させて得られる粘稠性の液状生成物を前記潜在性硬化剤と共に液状エポキシ樹脂中に配合することにより、粉末状の潜在性硬化剤が懸濁状態で均一に分散し、長期間の保存後も沈降することなく、加熱硬化によつては速硬化性をもたらし、可使時間に大きな影響を及ぼさないことが見出され、この知見に基づいて本発明が完成された。

本発明に於て硬化促進剤として使用されるイミダゾール化合物と有機金属化合物との付加物は有機金属化合物1モルとイミダゾール化合物0.2~3モルとを溶剤の存在下又は無溶剤下に加熱反応させることによつて得られる。反応は通常70~160℃で均一な粘稠味を帯びた液状物が生成す

- 6 -

るに十分な時間加熱し続け、得られた反応混合物をそのまま硬化促進剤として使用される。

本発明に於て上記特定された2種類以外のイミダゾール化合物と有機金属化合物との付加物を硬化促進剤として使用した場合、いずれも可使時間の短かい組成物となり、本発明の目的に沿うものでなかつた。

本発明に於て硬化促進剤の原料として使用される有機金属化合物のうちの金属のアルコキシ誘導体としては分子中に少くとも1個のアルコキシ基が金属に化学的に結合されたものであればいかなるものであつてもよい。通常一般式 $M-(OR^1)_n$ (但し、 R^1 はアルキル基、アシル基等の有機基、 M は4価又は6価の金属、 n は4又は6)、

金属としてはTi(N, M)、Si(N)、Ge(N)、Zr(N)等が好ましい。

代表的な金属アルコキシ誘導体の例を挙げれば、次の通りである。

有機チタンとしてはテトラ- n -ブチルチタネ

- 7 -

アセチルアセトンアルミニウムおよびテトラ- n -ブトキシジルコニウムを構成成分とした付加物は少量の添加によつても促進効果は高い。

一般式 R_2SnX_2 表示の有機錫化合物としては例えば、ジブチル錫マレエート、ジブチル錫ジラウレート、ジオクチル錫ジラウレート等が挙げられるが、ジブチル錫ジラウレートが特に有用である。

$Zn(II)$ および、 $Sn(II)$ のように原子価2価の金属の有機金属化合物をイミダゾールとの付加物の形で用いた場合は、泡の発生を防止することはできない。

本発明に於て硬化主剤として使用される二塩基酸ジヒドラジドとしては一般式

$$NH_2NH-\text{R}^2-NHNH_2 \quad (R^2 \text{はフェニル基または } (CH_2)_n, n \text{ は } 0 \sim 18 \text{ の整数を示す})$$

にて示されるものであればよく、例えばアジピン酸ジヒドラジド、セバシン酸ジヒドラジド、イソフタル酸ジヒドラジド、アゼライン酸ジヒドラジド、スベ

- 9 -

ート、テトラオクチレンジリコールチタネート、

イソブチルトリイソステアロイルチタネート、イソブチルトリデシルペンゼンシルホニルチタネート、ト、イソブチルトリス(ジオクチルパイロホスファイト)チタネート、テトラオクチルビス(ジトリデシルホスファイト)チタネート、テトラ(2,2-ジアリルオキシメチル-1-ブチル)ビス(ジトリデシル)ホスファイトチタネート、ビス(ジオクチルパイロホスファイト)オキシセテートチタネート、トリス(ジオクチルパイロホスファイト)エチレンチタネートなどがあり、その他の金属アルコキシ誘導体としてはテトラ- n -ブトキシジルコニウム、テトラ- n -ブトキシジルコニウムなどがある。

アセチルアセトン金属塩としては、金属成分がAl(III)、Cr(III)、Fe(III)、V(III)およびTi(IV)であるものが用いられ、特にアセチルアセトンアルミニウムおよびアセチルアセトンチタネートが有用である。

- 8 -

リン酸ジヒドラジド、コハク酸ジヒドラジド等が用いられる。又、一般式(I)表示のメラミン系化合物としては、例えば、メラミン、アセトグアミン、ベンゾグアミン等が挙げられる。

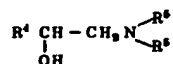
硬化促進剤としてのイミダゾール化合物-有機金属化合物付加物の配合量は通常エポキシ樹脂100重量部に対して0.2~7重量部の範囲であれば十分であるが、使用目的に応じて適宜増減してもよい。又、硬化主剤としての二塩基酸ジヒドラジド、ジシアジアミド又はメラミン系化合物の配合量はエポキシ樹脂100重量部に対して0.5~30重量部であればよい。

本発明者は更に研究した結果、三級アミンと有機酸又は有機酸無水物との付加反応生成物がイミダゾール-有機金属化合物付加物を併用した場合には、硬化促進効果が増強されることを見出した。

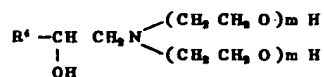
硬化促進剤として使用される三級アミンと有機酸又は有機酸無水物との付加反応生成物を形成

- 10 -

する三級アミンとして例えば、トリエタノールアミン、トリプロパノールアミン等のトリアルカノールアミン、一般式



(但し、 R^4 は炭素数10～28のアルキル基、 R^5 はメチル基又はエチル基を示す)にて示される2-ヒドロキシアルキルアミンおよび一般式



(但し、 R^4 は前記と同じ、 m 、 n は1～20の整数)にて表示されるエチレンオキッド型三級アミン、2,4,6-トリス(ジメチルアミノ)メチルフェノールが好ましく使用される。

また、三級アミンと有機酸又は有機酸無水物との付加反応生成物を形成する有機酸として例えば、酢酸、酪酸、カプリン酸、オレイン酸、2-エチルヘキサン酸、安息香酸、ベンゼンスルホン酸、パラトルエンスルホン酸等が挙げられ、また有機

- 11 -

フォルムアルデヒドノボラフタのポリグリシジルエーテル系エポキシ樹脂、二塩基酸ジグリシジルエステル系エポキシ樹脂、多価アルコール系ジグリシジルエーテル系エポキシ樹脂、N,N-ジグリシジルアニリン、N,N-ジグリシジルオートルイジンなどが挙げられる。

実施例に用いた原料の略称は以下の通りである。

エポキシ樹脂

「エビコート⁺828」(商品名、シエル化学㈱)

ビスフェノールA系エポキシ樹脂、エポキシ当量 約195

「エビコート⁺815」(商品名、シエル化学㈱)

ビスフェノールA系エポキシ樹脂で「エビコート⁺828」にブタグリシジルエーテルが希釈剤として添加されている。エポキシ当量 約190

「エビコート⁺834」(商品名、シエル化学㈱)

ビスフェノールA系エポキシ樹脂

- 13 -

酸無水物として例えば、無水メチルナジフタ酸、4-メチルヘキサヒドロ無水フタル酸、4-メチルテトラヒドロ無水フタル酸等が挙げられる。上記三級アミンと有機酸または有機酸無水物との付加反応生成物は長可使時間を損うことなく硬化促進効果を向上させる作用を有する。三級アミンと有機酸または有機酸無水物との混合割合は一般に酸とアミンの当量近辺であればよい。これらの硬化促進助剤の添加量は通常エポキシ樹脂100重量部に対して0.2～7.0重量部であればよい。0.2重量部未満では硬化促進効果が弱く、又、7.0重量部を超える場合には可使時間が短くなるので好ましくない。

本発明に於けるエポキシ樹脂としてはエポキシ当量190～1000のビスフェノールAジグリシジルエーテル系エポキシ樹脂、エポキシ当量170～180のフェノールフォルムアルデヒドノボラフタのポリグリシジルエーテル系エポキシ樹脂、エポキシ当量210～235のクレゾール

- 12 -

脂、エポキシ当量 約260

「エビコート⁺1001」(商品名、シエル化学㈱)

ビスフェノールA系エポキシ樹脂、エポキシ当量 約500

「DEN 431」(商品名、米国ダウケミカル社)

フェノール・ノボラフタ系エポキシ樹脂、エポキシ当量 約175

「GAN」

(商品名、日本化薬㈱)

N,N-ジグリシジルアニリン、エポキシ当量 約125

「8B-20G」(商品名、岡村製油㈱)

二塩基酸ジグリシジルエステル、エポキシ当量 約224

硬化主剤

ADH アジピン酸ジヒドラジド

SDH セバチン酸ジヒドラジド

IDH イソフタル酸ジヒドラジド

- 14 -

硬化促進剤およびその原料

PMHZ 2-フェニル-4-メチル-5-
-ヒドロキシメチルイミダゾ-
ル

PHZ 2-フェニル-4,5-ジヒド
ロキシメチルイミダゾール

「ブレンアクト KR-TTS」(商品名、味の素㈱)

イソプロピルトリスイソステア
ロイルチタネート

TBT テトラ- α -ブチルチタネート

TOG テトラオクタレンジリコールチ
タネート

TBZR テトラ- α -ブトキシジルコニ
ウム

DMP-30 2,4,6-トリス(ジメチル
アミノメチル)フェノール

DBZM ジベンゾイルメタン

TEA トリエタノールアミン

C₁₁Z 2-ウンデシルイミダゾール

- 15 -

調製例 2

PHZ 10重量部、「ブレンアクト KR-
TTS」16重量部およびベンジルアルコール
2重量部を調製例1に準じ調製。褐色半透明のや
や高粘度の液体。得られた高粘度液体をPHZ-
TTSと略す。

調製例 3

「ブレンアクト KR-TTS」の代わりに
「ブレンアクト KR-9S」および「ブレンア
クト KR-55」を用い、調製例1に準じて硬
化促進剤を得た。得られた硬化促進剤の略称を各
々、PMHZ-9S、PMHZ-55とする。

調製例 4

PMHZ 16重量部、ACL 10重量部お
よびベンジルアルコール 6重量部を調製例1に
準じ調製。褐色の半透明の高粘度泥状物。得られ
た泥状物をPMHZ-ACLと略す。

- 17 -

DBL ジブチル錫ジラウレート

ACL アセチルアセトンアルミニウム

「ブレンアクト KR-9S」(商品名、味の素㈱)

イソプロピルトリドデシルベン

ゼンシルホニルチタネート

「ブレンアクト KR-55」(商品名、味の素㈱)

テトラ(2,2-ジアリルオキ

シメチル-1-ブチル)ビス

(ジトリデシル)ホスファイ

トチタネート

次に本発明の硬化促進剤の調製例について説明
する。

調製例 1

PMHZ 10重量部、「ブレンアクト KR-
TTS」16重量部を室温でよく混和し、攪
拌しつつ徐々に温度を上げ、140~145℃で
完全に溶解させる。褐色の半透明やや高粘度の液
体。得られた高粘度液体をPMHZ-TTSと略す。

- 16 -

調製例 5

PMHZ 20重量部、DBL 60重量部を
調製例1に準じ調製。半透明褐色のやや高粘度液
体。得られた高粘度液体をPMHZ-DBLと略
す。

調製例 6

DMP-30 1モルおよびパラトルエンスル
ホン酸 3モルを混合し、発熱反応によつて得た
淡黄色の液状付加物をDMPTとする。

調製例 7

TBZR 1モル、PMHZ 1モルを80~
85℃にて20分間混合攪拌し、薄茶色の粘稠性
液体を得た。これをPMHZ-TBZRと略す。

以下、実施例にて詳細に説明する。

- 18 -

實施例

エポキシ樹脂に所定量の硬化主剤を添加し、乳鉢で温度60℃に保つてよく摺り込み混和する。混和に約30分を必要とする。混和後、温度を下げ、30℃で所定量の硬化促進剤および必要に応じて所定量の三級アミンと有機酸又は有機酸無水物との付加反応生成物を添加し、再び充分に混和する。

上記調製法に基づいて得られた組成物について
下記の試験項目につき試験した。

- ④ 可使時間 密閉試料を25℃に安置し、流動性のなくなるまでの日数を観測した。
- ⑤ 熱変形温度 (HDT) 組成物を形枠に流し熱処理し、JIS K 6717 に準じて測定した。
- ⑥ セン断接合強さ 軟銅板 spec. 2.5×2.5×1.0mm ラップ巾 12.5mm 測定条件 5mm/min、23℃

- 19 -

結果は表 1 (比較例)、表 2 および表 3 に示した通り、本発明の配合物は比較例に比して長可使時間が保持されたまま、速硬化性が著しく改善され、硬化物の物性も満足すべきものであることが了解されよう。

- 20 -

表 比較例

[illegible]

配合物は脱泡後硬化した。

		イ	ロ	ハ	ニ	ホ	ヘ	ト	チ	リ	ス	ル	ヲ	フ
エ	エポコート [※] 828	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	100	100	100
ボ	エポコート [※] 834	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10			
キ	DEN 431	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5			
ン	G A N	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15			
樹脂	A D H	15	15	15										16
	S D H				20	20	20							
硬化主剤	I D H							17	17					
	ジアンジアル									8				
	ベンゾジアミン											14	14	
	アセトアミン													
硬化促進剤	PMHZ-TTS	4.0			4.0			4.0				4.0		
	PMHZ-9S		4.0			4.0			4.0			4.0	4.0	
	PMHZ-TBZR													3.0
	PMHZ-55			4.0			4.0			4.0				
物	可使時間 20℃	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	2	2	2	2
	硬化時間(分) 150℃	60	60	60	60	60	60			60	60	60	60	30
	170℃							15	15					
性	H D T	93	98	94	106	110	108	126	130	95	105	115	118	112
	せん断粘着強さ (kg/cm ²)	200	203	203	230	231	226	222	228	230	198	195	198	222
外	観色	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明

配合物は脱泡後硬化した。

		イ	ロ	ハ	ニ	ホ	ヘ	ト	チ	リ	ス	ル
エ	エポコート [※] 815	95										95
ボ	エポコート [※] 828		90	75	90	90	75	90	90	95	95	
キ	エポコート [※] 834			10			10					
ン	エポコート [※] 1001			10			10					
樹脂	DEN-431		5	5	5	5	5	5				
	G A N		5		5	5		5				
硬化主剤	S B-20G	5							10	5	5	5
	A D H	15	15	14						16	16	16
	S D H					20	18					
	I D H							17				
	ベンゾジアミン								8			
硬化促進剤	ジアンジアル				8							
	PMHZ-TTS						3.5				4.0	
	PMHZ-9S			3.5				3.5				
	PMHZ-ACL		3			3			3			
	PMHZ-DBL											
	PMHZ-55					3						
	PMHZ-9S	4.0										
物	D M P T	0.5	0.5	1.0	1.0	0.5	1.0	0.5	1.0	0.5	0.5	0.5
	170℃									1.0	1.0	1.0
性	H D T (°C)	87	98	110	95	103	122	128	112	98	96	92
	せん断粘着強さ (kg/cm ²)	195	198	218	220	205	220	210	195	228	216	210
外	観色	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明

配合物は脱泡後硬化した。

特許出願人 味の素株式会社